

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Naoto KUDOU, et al.

GAU:

SERIAL NO: New Application

EXAMINER:

FILED: Herewith

FOR: ACIDIC OIL-IN-WATER TYPE EMULSIFIED COMPOSITIONS

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number _____, filed _____, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.

☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e): Application No. _____ Date Filed _____

☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Japan	2002-192538	July 1, 2002
Japan	2002-322986	November 6, 2002

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

☒ are submitted herewith

☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

☐ were filed in prior application Serial No. _____ filed _____

☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number _____

Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. _____ filed _____; and


☐ (B) Application Serial No.(s) _____

☐ are submitted herewith

☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

C. Irvin McClelland

Registration Number 21,124



22850

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2002年 7月 1日

出 願 番 号
Application Number:

特願2002-192538

[ST.10/C]:

[JP2002-192538]

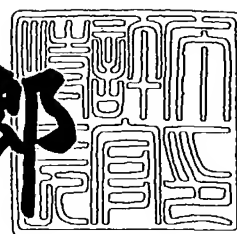
出 願 人
Applicant(s):

花王株式会社

2003年 6月 2日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3042846

【書類名】 特許願

【整理番号】 P03131407

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 A23L 1/24
A23J 7/00

【発明者】

【住所又は居所】 東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社研究所内

【氏名】 工藤 尚人

【発明者】

【住所又は居所】 東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社研究所内

【氏名】 中島 義信

【発明者】

【住所又は居所】 東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社研究所内

【氏名】 佐藤 誠

【特許出願人】

【識別番号】 000000918

【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

【識別番号】 110000084

【氏名又は名称】 特許業務法人アルガ特許事務所

【代表者】 有賀 三幸

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 164232

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 酸性水中油型乳化組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 次の (A)、(B) 及び (C) :

(A) ジグリセリド含量が 3 0 重量%以上である油相、

(B) 卵黄、

(C) 水溶性大豆多糖類

を含有する酸性水中油型乳化組成物。

【請求項 2】 酸性水中油型乳化組成物中の全リン脂質に対するリソリン脂質の比率がリン量基準で 1 5 % 以上である請求項 1 記載の酸性水中油型乳化組成物。

【請求項 3】 リソリン脂質の一部又は全部が卵黄由来である請求項 1 又は 2 記載の酸性水中油型乳化組成物。

【請求項 4】 リソリン脂質の一部又は全部が酵素処理卵黄である請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 項記載の酸性水中油型乳化組成物。

【請求項 5】 酵素がエステラーゼ、リパーゼ及びホスホリパーゼから選ばれるものである請求項 4 記載の酸性水中油型乳化組成物。

【請求項 6】 更に植物ステロールを含有するものである請求項 1 ～ 5 のいずれか 1 項記載の酸性水中油型乳化組成物。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、特にマヨネーズ類、ドレッシング類に好適に使用される酸性水中油型乳化組成物に関する。

【0 0 0 2】

【従来技術】

近年、ジグリセリドが肥満防止作用、体重増加抑制作用等を有することが明らかにされるに至り（特開平 4 - 3 0 0 8 2 8 号公報等）、これを各種食品に配合する試みがなされている。そして、ジグリセリドを高濃度に含むグリセリド混合

物を油相に用いれば、脂肪量を低減した場合においても豊かな脂肪感を有し、風味が良好な食用水中油型乳化組成物が得られることが報告されている（特許第 2 8 4 8 8 4 9 号公報）。

【 0 0 0 3 】

しかしながら、ジグリセリドを高濃度で含有する油相を卵黄で乳化したマヨネーズ等の酸性水中油型乳化組成物は、保存中に亀裂が発生し、離水が滲出し、更に光沢がなく組織が荒れた外観となる等の問題が生じることが判明した。これを解決する技術として、例えば酸性水中油型乳化組成物中の全リン脂質に対しその 1 5 %（リン量基準）以上をリゾリン脂質とすることにより、これらの問題が解決することが報告されている（特開 2 0 0 1 - 1 3 8 号公報）。

【 0 0 0 4 】

一方、マヨネーズ等の酸性水中油型乳化組成物を製造するにあたり、乳化装置から配管を通して充填機に移送するとき、また容器に充填するとき加圧シェアが発生し、酸性水中油型乳化組成物の粘度等の物性が低下するという問題がある。更に、樹脂製の一般的なマヨネーズ容器に充填したマヨネーズ等の酸性水中油型乳化組成物は、使用するたびに押し圧が加わるため、乳化破壊、離水等の品質低下が起こる。そのため、酸性水中油型乳化組成物には、製造、充填及び使用時に発生する加圧シェアに対し耐性のある安定な物性を有する組織であることが求められる。

【 0 0 0 5 】

【発明が解決しようとする課題】

ジグリセリドを高濃度に含有する酸性水中油型乳化組成物の外観等を改善するために開発されたリゾリン脂質の含有量を調整した酸性水中油型乳化組成物は、単に静置保存した場合は安定であるが、加圧シェアに対する耐性が十分ではなかった。

本発明の目的は、製造時及び使用時に発生する加圧シェア負荷に対して耐性を有し、粘度低下等の物性変化の少なく、離水等の外観変化のない、ジグリセリドを高濃度で含有する酸性水中油型乳化組成物を提供することにある。

【 0 0 0 6 】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、ジグリセリドを高濃度で含む油相及び卵黄を含有する酸性水中油型乳化組成物に、更に水溶性大豆多糖類を加えると、リゾリン脂質の含有量を調整することなしに外観が良好であって、製造時の配管移送シェア、充填シェア及び使用時の押し圧シェア等の加圧シェア負荷に対して極めて安定な品質劣化を起こさない酸性水中油型乳化組成物が得られることを見出した。

【0007】

すなわち、本発明は、次の（A）、（B）及び（C）：

（A）ジグリセリド含量が30重量%以上である油相、

（B）卵黄、

（C）水溶性大豆多糖類

を含有する酸性水中油型乳化組成物を提供するものである。

【0008】

【発明の実施の形態】

マヨネーズ類、ドレッシング類等の酸性水中油型乳化組成物は、冷蔵庫等の低温で保存された場合でも、結晶化、固化が起こらないように、低融点油脂を使用することが好ましい。本発明において用いるジグリセリドも、低融点であることが好ましい。具体的には、構成脂肪酸残基の炭素数が8～24、特に16～22であることが好ましい。また不飽和脂肪酸残基の量は、全脂肪酸残基の55重量%（以下単に%と記載する）以上が好ましく、70%以上がより好ましく、90%以上が特に好ましい。ジグリセリドは、植物油、動物油等とグリセリンとのエステル交換反応、又は上記油脂由来の脂肪酸とグリセリンとのエステル化反応等任意の方法により得られる。反応方法は、アルカリ触媒等を用いた化学反応法、リパーゼ等の油脂加水分解酵素を用いた生化学反応法のいずれでもよい。本発明の酸性水中油型乳化組成物の（A）油相中のジグリセリド含量は、脂質代謝改善食品（中性脂肪蓄積抑制）としての有効性の観点から30%以上であり、35%以上が好ましい。油相には、ジグリセリド以外に、トリグリセリド、モノグリセリド、遊離脂肪酸等を含有させることができる。尚、乳化物の安定化等のため、油相中に高融点油脂、特に室温で固体である油脂を含有させてもよい。

【0009】

本発明に用いる（B）卵黄は、生、凍結、粉末、加塩、加糖等任意の形態でよく、また卵白を含んだ全卵の形態で配合してもよい。組成物中の卵黄の含有量は、風味向上の観点から、液状卵黄換算で5～20%が好ましく、7～17%がより好ましく、8～15%が特に好ましく、10～15%が最も好ましい。

また、卵黄は後述の酵素処理卵黄を用いてもよい。

【0010】

本発明に用いる（C）水溶性大豆多糖類は、ラムノース、フコース、アラビノース、キシロース、ガラクトース、グルコース、ウロン酸等からなる多糖類であって、例えば大豆から豆腐を製造するときの「オカラ」、大豆から蛋白質を抽出した残渣等を原料として、アルカリ処理、加水分解処理等を施して製造される。例えば、大豆から豆乳を分離した残渣（オカラ）を親水性有機溶媒を含むアルカリ性水溶液で抽出し、固形物を採取する方法（特公昭60-31841号公報）、大豆皮から温水又はアルカリ水溶液で抽出して製造する方法（特開昭60-146828号公報）、大豆植物繊維を微細化し、繊維中の蛋白質を分解した後、水溶性多糖を分画し製造する方法（特開平1-203557号公報）、蛋白質を含有する水溶性大豆食物繊維を蛋白質の等電点付近の酸性条件下で加水分解して製造する方法（特開平3-236759号公報）等が挙げられる。

また、市販されているものとしては、「ソヤファイブ」、「ソヤアップ」（不二製油（株））、「SM-700」（三栄源エフ・エフ・アイ（株））等が挙げられる。

【0011】

組成物中の水溶性大豆多糖類の含有量は、シェアに対する安定性、外観等の点から0.01～10%が好ましく、0.02～5%がより好ましく、特に0.1～3%が好ましい。

【0012】

また、本発明の酸性水中油型乳化組成物において、風味及び外観の点で含有する全リン脂質中のリゾリン脂質の比率（以下、リゾ比率と記載する）がリン量基準で15%以上であるのが好ましく、より好ましくは25%以上、特に29～7

5%が好ましい。リゾリン脂質は、その一部又は全部が卵黄や大豆由来であることが好ましく、卵黄由来であることが特に好ましい。

【0013】

またリゾリン脂質の一部又は全部が酵素処理卵黄であることが好ましい。卵黄の酵素処理に用いる酵素としては、エステラーゼ、リパーゼ、ホスホリパーゼが好ましく、リパーゼ、ホスホリパーゼがより好ましく、ホスホリパーゼが特に好ましい。ホスホリパーゼの中でも、ホスホリパーゼA、すなわちホスホリパーゼA₁及び／又はA₂が最も好ましい。

酵素処理条件は、卵黄の全部に酵素処理卵黄を用いる場合、リゾ比率が15%以上となるような条件を適宜選択すればよい。具体的には、酵素添加量は、酵素活性が10000IU/mLの場合、卵黄に対して0.0001~0.1%、特に0.001~0.01が好ましく、反応温度は20~60℃、特に30~55℃が好ましく、反応時間は1時間~30時間、特に5時間~25時間が好ましい。また卵黄の一部に酵素処理卵黄を用いる場合、酵素未処理卵黄と酵素処理卵黄の合計のリゾ比率が上記範囲となるように酵素処理条件を選択すればよい。かかる酵素処理は、各原料を混合して乳化処理する以前の段階で行うことが好ましい。

【0014】

本発明の酸性水中油型乳化組成物においては、更に血中コレステロール低下作用を有する植物ステロールを含有させてもよい。ジグリセリドと植物ステロールの併用により、血中コレステロール低下作用は、相乗的に高まり、脂質代謝改善食品としての有用性を更に高めることができる。植物ステロールとしては、例えばα-シトステロール、β-シトステロール、スチグマステロール、エルゴステロール、カンペステロール等が挙げられる。またこれらの脂肪酸エステル、フェルラ酸エステル、配糖体を用いることもできる。本発明においては、これらを一種以上用いることができる。酸性水中油型乳化組成物中の、植物ステロールの含有量は、1.2~10%、特に2~5%が好ましい。

【0015】

本発明の酸性水中油型乳化組成物の水相には、水；米酢、酒粕酢、リンゴ酢、ブドウ酢、穀物酢、合成酢等の食酢；食塩；グルタミン酸ソーダ等の調味料；砂

糖、水飴等の糖類；酒、みりん等の呈味量；各種ビタミン；クエン酸等の有機酸及びその塩；香辛料；レモン果汁等の各種野菜又は果実の搾汁液；キサンタンガム、ジェランガム、グァーガム、タマリンドガム、カラギーナン、ペクチン、トラガントガム等の増粘多糖類；馬鈴薯澱粉等の澱粉類、それらの分解物及びそれらの化工澱粉類；シヨ糖脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ポリソルベート等の合成乳化剤、大豆タンパク質、乳タンパク質、小麦タンパク質等、あるいはこれらタンパク質の分離物や分解物等のタンパク質系乳化剤、レシチン又はその酵素分解物等の天然系乳化剤；牛乳等の乳製品；各種リン酸塩等を配合することができる。本発明においては、目的とする組成物の粘度、物性等に応じて、これらを適宜配合できる。

かかる水相のpHは、風味と保存性のバランスの観点から、2～6、特に3～5が好ましい。水相のpH調整には、上記した食酢、有機酸、有機酸の塩類、果汁類等の酸味料を使用できる。

【0016】

油相と水相の重量比は、10～80：90～20が好ましく、35～75：65～25が特に好ましい。

【0017】

本発明の酸性水中油型乳化組成物としては、例えば日本農林規格（JAS）で定義されるドレッシング、半固体状ドレッシング、乳化液状ドレッシング、マヨネーズ、サラダドレッシング、フレンチドレッシング等が挙げられるが、特にこれらに限定されるものではなく、広くマヨネーズ類、ドレッシング類といわれるものが該当する。

【0018】

本発明の酸性水中油型乳化組成物は、例えば以下の方法により製造することができる。まずジグリセリド、植物ステロール等の油性成分を混合して油相を調製する。また、卵黄、水溶性大豆多糖類、その他の水溶性原料を混合して水相を調製する。該水相に該油相を添加し、必要により予備乳化を行い、均質化することにより、酸性水中油型乳化組成物を得ることができる。均質機としては、例えばマウンテンゴウリン、マイクロフルイダイザー等の高圧ホモジナイザー、超音波

式乳化機、コロイドミル、アジホモミキサー、マイルダー等が挙げられる。本発明の酸性水中油型乳化組成物は、通常のマヨネーズ等と同様に使用することができる。

【0019】

【実施例】

参考例

食塩濃度10%の卵黄液750g、水150g及び食塩15gを混合し、反応温度で十分予熱した後、卵黄液に対して表1に示す量のホスホリパーゼA₂を添加し、酵素分解卵黄を得た。反応時間、反応温度、リゾ化率を表1に示す。尚、リゾ化率は以下の方法により算出した。まず反応物をクロロホルム/メタノール(3:1)混合溶媒により繰り返し抽出を行い、反応物中の全脂質を得た。得られた脂質混合物を薄層クロマトグラフィーに供し、一次元=クロロホルム:メタノール:水(65:25:49)、二次元=ブタノール:酢酸:水(60:20:20)による二次元薄層クロマトグラフィーにより、各種のリン脂質を分取したリン脂質のリン量を市販の測定キット(過マンガン酸塩灰化法、リン脂質テストワコー、和光純薬工業株式会社製)を用いて算出した。リゾ化率(%)は(リゾリン脂質画分リン合計量/全リン脂質画分リン合計量)×100により算出した。

【0020】

【表1】

	リゾ化率(%)	ホスホリパーゼA ₂ *1(%)	温度(℃)	時間(hr)
参考例1	35	0.04	50	8
参考例2	56	0.04	50	20

*1: 酵素活性10,000IU/mL

【0021】

実施例1

表2に示す組成の油相及び水相を常法に従って調整した。次いで水相を撹拌し

ながら油相を予備乳化した後、コロイドミル（ストレートローター：PUC社製）を使用して3000r/min、クリアランス0.045mmで均質化し、平均乳化粒子径1.5～2.8 μ mのマヨネーズを製造した。

【0022】

試験例1

製造したマヨネーズを加圧容器に詰め、196kPaの圧力負荷して内径4mm、長さ30cmの配管を通して加圧シアを加えた。加圧シア負荷前後の粘度を次法で測定した。

測定条件： 20℃

BROOKFIELD社製DV-I型

No. 6スピンドル、2r/min、30秒後測定。

【0023】

試験例2

試験1で加圧シアを負荷したマヨネーズを樹脂製マヨネーズ容器（100mL）に約70体積%充填し、空気を排出し密閉した。容器を繰り返し押し、500回押した後の外観を肉眼で観察評価した。

評価 ◎：初期と変わらず、なめらかで光沢のある良好な組織であった。

○：僅かに肌が荒れるものの離水、離油は認められなかった。

×：所々に離水、離油が認められた。

【0024】

【表2】

		(%)									
		本発明品	比較品	本発明品	比較品	本発明品	比較品	本発明品	比較品	本発明品	比較品
		1	1	2	2	3	3	4	4	5	5
水相	10%加塩卵黄	15.1	15.1								
	参考例1の卵黄			18	18						
	参考例2の卵黄					18	18	18	18	18	18
	水溶性大豆多糖 ^{#2}	0.2		0.2		0.2		0.2		0.2	
	精製塩	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	上白糖	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	グルタミン酸Na	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	からし粉	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	10%醸造酢	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7	6.7
	水	8.9	9.1	6	6.2	6	6.2	6	6.2	6	6.2
油相	DAG含有組成物 ^{#3}	67	67	67	67	67	67	64.3	64.3	61	61
	植物ステロール ^{#4}							2.7	2.7	1	1
	植物ステロールエステル ^{#5}									5	5
	シェア負荷前粘度 (Pa·s)	175	168	185	180	186	182	188	187	183	185
	シェア負荷後粘度 (Pa·s)	166	140	180	150	183	152	187	151	178	150
	シェア負荷粘度低下率 (%)	95	83	97	83	98	84	99	81	97	81
	500回押し圧後の外観	○	×	◎	×	◎	×	◎	×	◎	×
	*2: SM700 (三栄源エフ・エフ・アイ社製)										
	*3: 大豆油脂脂肪酸とグリセリンから酵素反応で製造 (MG0.8% DG88.7% TG10.5% 脂肪酸組成 C16:0 2.6% C18:0 0.8% C18:1 28.4% C18:2 59.7% C18:3 6.9% C20:0 1.2%)										
	*4: フィトステロール F タマ生化学社製										
	*5: 植物ステロール ^{#4} と大豆油脂脂肪酸 ^{#3} のエステル化により製造 (エステル95%以上)										

【 0 0 2 5 】

本発明品はいずれも配管移送シェア、充填シェアに相当する加圧シェア負荷の前後での粘度低下も少なく、また実際の使用時に相当する 5 0 0 回押し圧試験でも外観に変化が認められず、極めて安定であった。特にリゾリン脂質含量を調整しなくても（本発明 1）、加圧シェア耐性が優れていた。一方、水溶性大豆多糖類を含有しない比較品はいずれも、加圧シェア負荷で粘度低下が著しく、5 0 0 回押し圧試験でも離水が認められ、外観安定性が劣っていた。

【 0 0 2 6 】

【発明の効果】

本発明の酸性水中油型乳化組成物は、風味、外観安定性に優れ、製造時、使用時の加圧シェア負荷に対して耐性を有し、粘度低下等の物性変化が少なく、離水等の外観変化のない安定した品質を有する。

【書類名】 要約書

【要約】

【解決手段】 次の（Ａ）、（Ｂ）及び（Ｃ）：

（Ａ）ジグリセリド含量が３０重量％以上である油相、

（Ｂ）卵黄、

（Ｃ）水溶性大豆多糖類

を含有する酸性水中油型乳化組成物。

【効果】 本発明の酸性水中油型乳化組成物は、風味、外観安定性に優れ、製造時、使用時の加圧シェア負荷に対して耐性を有し、粘度低下等の物性変化が少なく、離水等の外観変化のない安定した品質を有する。

【選択図】 なし

特2002-192538

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-192538
受付番号	50200963893
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成14年 7月 2日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成14年 7月 1日

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

氏 名 花王株式会社